

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/002184

International filing date: 08 February 2005 (08.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-34596  
Filing date: 12 February 2004 (12.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 24 March 2005 (24.03.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

08. 2. 2005

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 4 年    2 月 1 2 日  
Date of Application:

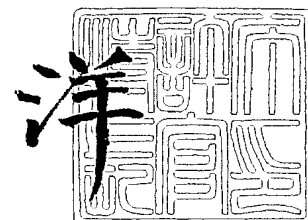
出 願 番 号                      特 願 2 0 0 4 - 0 3 4 5 9 6  
Application Number:  
[ST. 10/C]:                      [ J P 2 0 0 4 - 0 3 4 5 9 6 ]

出      願      人                      帝 人 株 式 有 限 公 司  
Applicant(s):

2 0 0 5 年    3 月 1 0 日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



【書類名】 特許願  
【整理番号】 P37557  
【提出日】 平成16年 2月12日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 C08J 11/00  
【発明者】  
    【住所又は居所】 山口県岩国市日の出町 2 番 1 号 帝人株式会社 岩国研究センター内  
    【氏名】 北原 麻衣  
【発明者】  
    【住所又は居所】 山口県岩国市日の出町 2 番 1 号 帝人株式会社 岩国研究センター内  
    【氏名】 平田 滋己  
【発明者】  
    【住所又は居所】 山口県岩国市日の出町 2 番 1 号 帝人株式会社 岩国研究センター内  
    【氏名】 伴 哲夫  
【発明者】  
    【住所又は居所】 山口県岩国市日の出町 2 番 1 号 帝人株式会社 岩国研究センター内  
    【氏名】 佐脇 透  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000003001  
    【氏名又は名称】 帝人株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100099678  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 三原 秀子  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 206048  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 要約書 1  
    【包括委任状番号】 0203001

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

ポリカーボネート樹脂を超臨界水または亜臨界水により分解し、ジヒドロキシ化合物と二酸化炭素を製造することを特徴とするポリカーボネート樹脂の分解方法。

**【請求項 2】**

前記超臨界水または亜臨界水によるポリカーボネート樹脂の分解を、該超臨界水または亜臨界水のイオン積が  $K_w = 10^{-15} \text{ mol}^2/\text{kg}^2$  以下の状態で行う、請求項 1 に記載のポリカーボネート樹脂の分解方法。

**【請求項 3】**

前記超臨界水または亜臨界水によるポリカーボネート樹脂の分解を  $374^\circ\text{C}$  以上  $500^\circ\text{C}$  以下で行う、請求項 1 に記載のポリカーボネート樹脂の分解方法。

**【請求項 4】**

前記超臨界水または亜臨界水によるポリカーボネート樹脂の分解を、 $18\text{MPa}$  以上  $40\text{MPa}$  以下で行う、請求項 3 に記載のポリカーボネート樹脂の分解方法。

**【請求項 5】**

前記超臨界水または亜臨界水によるポリカーボネート樹脂の分解を、該超臨界水または亜臨界水の比誘電率が 10 以下となる範囲内で行う、請求項 1 に記載のポリカーボネート樹脂の分解方法。

**【請求項 6】**

該ポリカーボネート樹脂が芳香族ポリカーボネート樹脂であり、該ジヒドロキシ化合物が芳香族ジヒドロキシ化合物である、請求項 1 に記載のポリカーボネート樹脂の分解方法。

**【請求項 7】**

芳香族ジヒドロキシ化合物が 2, 2'-ビス (4-ヒドロキシフェニル) プロパンである、請求項 6 に記載のポリカーボネート樹脂の分解方法。

**【請求項 8】**

温度  $10^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$ 、圧力  $0.1\text{MPa} \sim 10\text{MPa}$  の範囲内において、1 重量% 以上の濃度の芳香族ジヒドロキシ化合物が溶解した芳香族ジヒドロキシ化合物水溶液。

**【請求項 9】**

請求項 1 に記載の方法によって芳香族ジヒドロキシ化合物を得る、芳香族ジヒドロキシ化合物の製造方法。

**【請求項 10】**

芳香族ポリカーボネート樹脂を超臨界水または亜臨界水により分解して得られた芳香族ジヒドロキシ化合物水溶液から芳香族ジヒドロキシ化合物を晶析により回収する、請求項 9 に記載の芳香族ジヒドロキシ化合物の製造方法。

**【請求項 11】**

請求項 1 に記載の方法によって得られたジヒドロキシ化合物を重合してなる、ポリカーボネート樹脂の製造方法。

**【請求項 12】**

請求項 11 に記載のポリカーボネート樹脂が、該ジヒドロキシ化合物とカーボネート前駆体とを重合してなる、ポリカーボネート樹脂の製造方法。

**【請求項 13】**

請求項 12 に記載のカーボネート前駆体が、ジフェニルカーボネート、ホスゲンのいずれか 1 種である、請求項 11 に記載のポリカーボネート樹脂の製造方法。

## 【書類名】明細書

## 【発明の名称】ポリカーボネート樹脂の分解方法

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、超臨界水または亜臨界水を用いてポリカーボネート樹脂を分解する方法に関し、より詳しくは、ポリカーボネート樹脂から原料であるジヒドロキシ化合物を選択的に回収する方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

ポリカーボネート樹脂は耐熱性、耐衝撃性、透明性に優れ、レンズ、コンパクトディスク等の光学材料として、さらに建築材料、自動車部品、OA機器等様々な用途に利用され、大量に生産、消費されている。その使用量は年々増加しており、今後更に増加することが予想される。

## 【0003】

しかしながら、これらポリカーボネート樹脂製品はその利用が終了すると、ほとんどは廃棄物として焼却又は地中に埋める等の方法で処分されており、石化資源の保護、ならびに環境保護の観点から問題となっている。また不要になったポリカーボネートの一部はマテリアルリサイクルにより再成形・再利用することが行われているが、マテリアルリサイクルに際しては分子量低下、物性低下、着色等の問題があり、大量にリサイクルすることは困難である。従って炭素資源の有用利用の観点からはケミカルリサイクルにより原料に戻すことが理想的であり、解重合反応によるモノマーの回収方法が求められていた。

## 【0004】

上記ポリカーボネート樹脂のケミカルリサイクルのための分解方法としてはすでにいくつかの方法が開示されており、溶媒として超臨界状態のメタノールを用いてエステル交換を行い、ジヒドロキシ化合物並びにカーボネート化合物を得る方法（特許文献1）や、アンモニア水溶液下で加水分解し、ジヒドロキシ化合物並びに芳香族ジカルボン酸を得る方法が提案されている（特許文献2）。しかし、前者の方法においてメタノールは劇物かつ可燃性溶媒であり、工業的規模でポリカーボネートを分解処理する方法としては多大な危険性が伴うため、問題がある。一方、後者の方法では、解重合速度が遅いために水酸化アンモニウム水溶液を加水分解触媒として比較的多量に必要とすること、これらの触媒の回収循環や中和等の後処理が煩雑で経済性を著しく損なうことから、実用的な方法とは言い難い。

## 【0005】

一方、近年ポリマーのケミカルリサイクルにおいて、超臨界水分解法が注目されている。超臨界水分解法は超臨界または亜臨界状態の水でポリマーを加水分解してモノマーを回収する方法であり、有機溶媒や触媒を使用しない、環境に優しい技術である（特許文献3）。しかし、上記技術によりポリカーボネートを分解した例はほとんどなく、また分解速度が遅い、副反応の進行により得られるモノマー純度が低い、などの問題を有していたため、工業的に実用可能な技術としては確立されていなかった。

## 【0006】

【特許文献1】特開2003-41049号公報 2頁

【特許文献2】特公平6-25086号公報 2頁

【特許文献3】特開2000-178375号公報 2頁

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0007】

本発明は、上記の問題点に鑑み、可燃性の溶媒などの危険物を用いず環境に優しく、多量の溶媒を必要とせずにプロセスが簡易的であり、かつ分解速度が速く、副反応が起こりにくいので原料を高純度かつ高収率で回収可能なポリカーボネート樹脂の分解方法の提供を目的とするものである。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0008】

本発明者らは、上記問題を解決するべく鋭意検討を重ねた結果、超臨界水または亜臨界水の温度・圧力を制御することによりポリカーボネート樹脂分解時の超臨界水または亜臨界水を所望の諸物性に保ち、上記目的を達成することを見出し、本発明を完成するに至った。

## 【0009】

すなわち、本発明は以下のとおりである。

1. ポリカーボネート樹脂を超臨界水または亜臨界水により分解し、ジヒドロキシ化合物と二酸化炭素を製造することを特徴とするポリカーボネート樹脂の分解方法。
2. 前記超臨界水または亜臨界水によるポリカーボネート樹脂の分解を、該超臨界水または亜臨界水のイオン積が  $K_w = 10^{-15} \text{ mol}^2/\text{kg}^2$  以下の状態で行う、ポリカーボネート樹脂の分解方法。
3. 前記超臨界水または亜臨界水によるポリカーボネート樹脂の分解を  $374^\circ\text{C}$  以上  $500^\circ\text{C}$  以下で行う、ポリカーボネート樹脂の分解方法。
4. 前記超臨界水または亜臨界水によるポリカーボネート樹脂の分解を、 $18\text{MPa}$  以上  $40\text{MPa}$  以下で行う、ポリカーボネート樹脂の分解方法。
5. 前記超臨界水または亜臨界水によるポリカーボネート樹脂の分解を、該超臨界水または亜臨界水の比誘電率が10以下となる範囲で行う、ポリカーボネート樹脂の分解方法。
6. 該ポリカーボネート樹脂が芳香族ポリカーボネート樹脂であり、該ジヒドロキシ化合物が芳香族ジヒドロキシ化合物である、ポリカーボネート樹脂の分解方法。
7. 芳香族ジヒドロキシ化合物が2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンである、ポリカーボネート樹脂の分解方法。
8. 温度  $10^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$ 、圧力  $0.1\text{MPa} \sim 10\text{MPa}$  の範囲内において、1重量%以上の濃度の芳香族ジヒドロキシ化合物が溶解した芳香族ジヒドロキシ化合物水溶液。
9. 1. に記載の方法によって芳香族ジヒドロキシ化合物を得る、芳香族ジヒドロキシ化合物の製造方法。
10. 芳香族ポリカーボネート樹脂を超臨界水または亜臨界水により分解して得られた芳香族ジヒドロキシ化合物水溶液から芳香族ジヒドロキシ化合物を晶析により回収する芳香族ジヒドロキシ化合物の製造方法。
11. 1. に記載の方法によって得られたジヒドロキシ化合物を重合してなる、ポリカーボネート樹脂の製造方法。
12. 11. に記載のポリカーボネート樹脂が、該ジヒドロキシ化合物とカーボネート前駆体とを重合してなる、ポリカーボネート樹脂の製造方法。
13. 12. に記載のカーボネート前駆体が、ジフェニルカーボネート、ホスゲンのいずれか1種である、ポリカーボネート樹脂の製造方法。

## 【発明の効果】

## 【0010】

上述のごとく、本発明によれば、環境に優しく、簡易的なプロセスでポリカーボネート樹脂をリサイクルし、原料を高純度かつ高収率で回収することができる。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0011】

本発明は上記のとおりの特徴をもつ全く新規なポリカーボネート樹脂のリサイクル方法に関するものであるが、以下にその実施の形態を説明する。

## 【0012】

本発明におけるポリカーボネート樹脂とは、 $-O-R-O-C=O$ の構造単位を有するポリマーであり、Rは脂肪族化合物、脂環式化合物、芳香族化合物であるが、好ましくは芳香族化合物であり、より好ましくは  $Ar1-X-Ar2$  の構造を有する化合物である。ここで  $Ar1$ 、 $Ar2$  は芳香族基である。Xは、 $Ar1$  と  $Ar2$  とを連結する基であれば特に限定されず、例えば、炭素数  $n=1, 2, \dots$  等のアルキル基等が挙げられる。

## 【0013】

一般的には、ポリカーボネート樹脂は、上記Ar1-X-Ar2の構造を有する芳香族ジヒドロキシ化合物であるHO-Ar1-X-Ar2-OHと、カーボネート前駆体であるR1-O-COO-R2との重合によって製造される樹脂である。本発明は公知の何れの方法を用いて製造されたポリカーボネートにも適用可能であり、上記製造法としては、ジヒドロキシ化合物とホスゲンとの界面重合法、ジヒドロキシ化合物とジアルキルカーボネートとの熔融重合法等が挙げられる。また本発明においては、製品の製造途中に生じた不良品、屑ポリマー、さらに使用済みCD等のポリカーボネート樹脂廃棄物も、ポリカーボネート樹脂のリサイクル原料として用いることが可能である。

## 【0014】

芳香族ジヒドロキシ化合物HO-Ar1-X-Ar2-OHの具体例としては、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(ビスフェノールA)、ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、1, 1-ビス(4'-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 2-ビス(4'-ヒドロキシフェニル)エタン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)フェニルメタン、1, 1-ビス(4'-ヒドロキシフェニル)-1-フェニルエタン、2-(4'-ヒドロキシフェニル)-2-(3'-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(4'-ヒドロキシフェニル)ブタン、1, 1-ビス(4'-ヒドロキシフェニル)イソブタン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニル等が挙げられるが、特に限定されるものではない。これらは単独で、あるいは2種以上混合して使用してもよい。上記例示の化合物のうち、本発明において特に好ましく使用される芳香族ジヒドロキシ化合物は2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンである。

## 【0015】

またカーボネート前駆体であるR1-O-COO-R2の具体例としては、ジフェニルカーボネート、ジメチルカーボネート、ホスゲン等が挙げられるが、特に限定されるものではない。

## 【0016】

次に、本発明において使用する超臨界水または亜臨界水について説明する。超臨界流体とは臨界温度、臨界圧力を超えた状態の物質を示し、超臨界水とは臨界温度374℃以上、臨界圧力22MPa以上の水を示す。また、本発明において亜臨界水とは温度350℃以上かつ圧力18MPa以上であって、超臨界状態ではない水を示す。超臨界/亜臨界状態の水は、その温度・圧力に対応して密度、イオン積、イオン濃度、誘電率等の諸物性値が幅広く変動することが知られており、これらを容易に制御することが可能である。この結果、超臨界水または亜臨界水中における反応は、温度や圧力ごとに異なった酸・塩基触媒効果および溶媒効果を受ける可能性がある。さらに超臨界水または亜臨界水は粘度が液体に比べて小さいため物質の拡散が速く、超臨界水または亜臨界水中での反応は通常の液体中の反応に比べて拡散律速になりにくいという利点もある。また、実用的な側面から見ると、水は最も安価である上、無毒、難燃性であり環境への負荷が少なく、熱安定性に富み、酸化もされない、理想的な溶媒であるといえる。

## 【0017】

本発明は、超臨界水または亜臨界水のイオン積が $K_w = 10^{-15} \text{ mol}^2/\text{kg}^2$ 以下の範囲内となる条件で行うことが好ましく、より好ましくは $K_w = 10^{-17} \text{ mol}^2/\text{kg}^2$ 以下が好ましい。この状態で処理を行うと、ポリカーボネートを非常に短時間で分解し、ジヒドロキシ化合物と二酸化炭素とを高選択的に得ることができる。この効果の理論的根拠は、その全てが解明されたわけではないが、反応場のイオン濃度の低下がポリカーボネートの分解にとって最適な環境を提供するものと考えられる。イオン積が $K_w = 10^{-15} \text{ mol}^2/\text{kg}^2$ 以上の条件で処理を行うと、ポリカーボネートの分解速度が遅くなり、好ましくない。さらにこの条件で反応時間を延ばした場合、ポリカーボネートの分解と同時にジヒドロキシ化合物の分解反応が進行してその純度・収率が大幅に低下するため、好ましくない。また、本発明においてイオン積の下限は特に限定されるものではないが、 $10^{-23} \text{ mol}^2/\text{kg}^2$ 以上が好ましい。

## 【0018】

本発明において、温度条件は前記臨界温度である374℃以上500℃以下で行うことが好ましく、より好ましくは430℃以下が好ましい。温度が374℃以下であると、前記イオン積が急激に増加し、ポリカーボネートの分解速度が著しく低下するため好ましくない。また500℃以上であると、得られたジヒドロキシ化合物の熱分解反応が急速に進行し、副生成物であるヒドロキシ化合物やその誘導体が多量に生成するため、好ましくない。

#### 【0019】

また、圧力条件は18MPa以上40MPa以下で行うことが好ましく、より好ましくは20MPa以上28MPa以下が好ましい。圧力が40MPa以上であると、工業プロセスにおいて多量なエネルギーコストを要し、安全面、経済面において多大な負荷がかかるため、好ましくない。また、18MPa以下であると亜臨界水としての前記性質が失われるため、好ましくない。

#### 【0020】

さらに、前記超臨界水または亜臨界水の誘電率は10以下であることが好ましく、より好ましくは5以下であることが好ましい。誘電率は物質内で電荷とそれによって与えられる力との関係を示す係数であり、溶媒の極性の指標となる。室温での水の誘電率は約80と非常に大きいため、電解質等の無機物はよく溶けるが、有機物はほとんど溶解しない。しかし温度を上げると誘電率は徐々に低下し、374℃以上の超臨界水または亜臨界水では10程度と極性の小さな有機溶媒並の値になる。その結果、有機物はよく溶けるが無機物はほとんど溶けないという、通常の水とは逆の現象が起こる。本発明においては、誘電率を10以下とすることで分解生成物であるジヒドロキシ化合物を超臨界水または亜臨界水に溶解・分散させ、その二次分解を抑制することができる。誘電率がこの値以上であるとジヒドロキシ化合物と超臨界水または亜臨界水とが相分離し、界面でジヒドロキシ化合物の分解が進行することが予想され、好ましくない。

#### 【0021】

本発明における反応時間は特に限定されるものではないが、上記条件において1分未満～3分という非常に短時間でほぼ完全にポリカーボネート樹脂を分解することができる。反応時間を延ばすと得られたジヒドロキシ化合物の分解が進行して純度が低下する上、工業プロセスにおいては単位時間当たりの処理量が少なくなる、または反応容器の容積が大きくなるため、好ましくない。

#### 【0022】

上記反応によって得られたジヒドロキシ化合物としては前記のとおり芳香族ジヒドロキシ化合物が好適であるが、これは温度10℃～100℃、圧力0.1MPa～10MPaの範囲内において1重量%以上の濃度で水に溶解した準安定な均一水溶液として回収される。芳香族ジヒドロキシ化合物の水への溶解度は25℃、0.1MPaの温度圧力条件において約100ppmであることが公知であり、通常はほとんど溶解しない。従って本発明により得られる水溶液は、超臨界水または亜臨界水に芳香族ジヒドロキシ化合物が溶解した状態から降温降圧することにより得られる、従来知られている芳香族ジヒドロキシ化合物水溶液より高い芳香族ジヒドロキシ化合物濃度を有する全く新規な水溶液であるといえる。分解生成物が上記状態で得られることは、工業プロセスにおいて生成物の精製プロセスおよび回収プロセスの簡素化が可能になるのみならず、配管や弁の閉塞を防ぐことができるため、非常に好ましい。本発明において、水溶液中の芳香族ジヒドロキシ化合物は公知の晶析操作により精製および回収することができ、これにより高純度の芳香族ジヒドロキシ化合物を得ることができる。

#### 【0023】

以下に本発明の実施プロセスについて説明する。本発明は公知のポリマー分解処理装置を用いて実施することができるが、超臨界水または亜臨界水による加水分解を行う反応器と、この反応器にポリカーボネート樹脂および超臨界水または亜臨界水を供給する供給手段と、反応器内の超臨界水または亜臨界水で加水分解された後の処理流体を濾過体で濾過して不溶性不純物を除去する濾過手段と、濾過処理された処理流体を水と分解生成物であるジヒドロキシ化合物とに分離する手段と、分離手段により分離された水と処理する水処理手段とを備えていることが好ましい。ここでリサイクル原料のポリカーボネート樹脂は



、(1) 粉碎してスラリーとして、(2) 加熱して熔融状態にして、(3) 溶媒に溶解した状態で、あるいは(4) 固形のままで、反応容器に供給される。反応容器は流通式、半回分式、またはバッチ式反応器の何れでも良いが、流通式を用いると処理量を増やすことができ、好ましい。また、反応溶媒、原料は、流通式、あるいは半回分式装置においては熱交換器等によりあらかじめ加熱され、反応容器に供給することが可能である。水とジヒドロキシ化合物とを分離する手段は特に限定されるものではないが、本発明によれば冷却操作のみにより高純度のジヒドロキシ化合物を晶析させることが可能であり、晶析したジヒドロキシ化合物は、遠心分離等の固液分離手段で分離することができる。分離後の水は、公知の水処理手段で所定の水質になるように処理して再び反応器に返送することにより、反応器内で良好な反応制御性を確保しつつ超臨界水または亜臨界水の補給用水として処理水を再利用し、経済的な水サイクルを形成することができる。また、所定の水質の補給水、例えば純水レベルの水質に処理した水を補給水として反応器に供給することにより、反応器内で良好な反応制御性を確保できるので、ジヒドロキシ化合物を高純度、かつ高収率で回収することができる。

#### 【0024】

本発明により得られたジヒドロキシ化合物を必要に応じて精製し、リサイクルして前記カーボネート前駆体と重合することにより、高品質、高グレードのポリカーボネートを製造することができる。上記重合は公知の方法の何れを用いても良いが、界面重合法または溶融重合法が好ましい。また、ジヒドロキシ化合物を原料とする他の樹脂への適用も可能である。

#### 【実施例】

#### 【0025】

以下、実施例により本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれにより何等限定を受けるものではない。

#### 【0026】

##### [実施例 1]

全内容積 6 mL の SUS316 製チューブ型反応管に、ポリカーボネート樹脂ペレット (帝人化成製 AD-5503) 0.11 g を入れ、圧力が 2.5 MPa となるように水 1.1 g を仕込み、密閉した。反応管内をアルゴン置換して不活性雰囲気とした後、400℃ に予熱したサンドバス中に浸漬させ、3 分間保持した。ここで、上記条件におけるイオン積  $K_w = 10^{-20} \text{ mol}^2/\text{kg}^2$ 、比誘電率 = 2 であった。その後、反応管を水に浸漬させて室温まで急冷し、内容物をガラス瓶に取り出したところ、20℃ 0.1 MPa の温度圧力条件下にて内容物は無色透明の均一水溶液であり固形分は全く認められなかった。また、取り出しの際に気体の発生が確認された。さらに、上記水溶液を一定時間静置したところ、針状結晶の析出が見られた。

#### 【0027】

結晶が混在した上記水溶液にジエチルエーテルを加えて攪拌し、エーテル相をガスクロマトグラフィー (HP5890) で分析した結果、0.1 g の 2, 2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) プロパンが含まれていることが分かった。従って、回収直後の 2, 2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) プロパン水溶液の濃度は、20℃ 0.1 MPa の状態で、約 10% と計算される。上記 2, 2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) プロパンの回収量は理論収率の 99% であり、上記方法によってポリカーボネートが完全に分解され、2, 2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) プロパンと二酸化炭素のみを容易に回収できることが確認された。

#### 【0028】

##### [比較例 1]

反応管に、ポリカーボネート樹脂ペレット 0.48 g を入れ、圧力が 3.0 MPa となるように水 4.8 g を仕込み、密閉した。反応管内をアルゴン置換して不活性雰囲気とした後、270℃ に予熱したサンドバス中に浸漬させ、30 分間保持した。ここで、上記条件におけるイオン積  $K_w = 10^{-11} \text{ mol}^2/\text{kg}^2$ 、比誘電率 = 25 であった。その後、反応管を水に浸漬させて室温まで急冷し、内容物をガラス瓶に取り出したところ、内容物は 0.4 g の未分

解ポリカーボネートを含んでおり、ポリカーボネート転化率は 1 6 % と計算された。

【 0 0 2 9 】

内容物を実施例 1 と同様にガスクロマトグラフィーで分析した結果、0 . 0 1 g の 2, 2 - ビス ( 4 - ヒドロキシフェニル ) プロパンが含まれていた。これは理論収率の 3 % であり、上記条件下ではポリカーボネートの分解反応がほとんど進行せず、また副生成物も多く生成するため、好ましくないことが分かった。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 可燃性の溶媒などの危険物を用いず環境に優しく、多量の溶媒を必要とせずにプロセスが簡易的であり、かつ分解速度が速く、副反応が起こりにくく、原料を高純度かつ高収率で回収可能なポリカーボネート樹脂の分解方法の提供。

【解決手段】 ポリカーボネート樹脂を、超臨界水による分解の処理条件すなわち温度圧力を制御し、所望の諸物性に設定した該超臨界水を用いて分解し、ジヒドロキシ化合物と二酸化炭素を製造することを特徴とするポリカーボネート樹脂の分解方法。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 4 - 0 3 4 5 9 6

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 3 0 0 1 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市中央区南本町 1 丁目 6 番 7 号

氏 名

帝人株式会社